



Influence du tensio-actif sur les propriétés des gypses cellulaires

Gabriel Samson, Annabelle Phelipot-Mardelé, Christophe Lanos, Christophe Baux

► To cite this version:

Gabriel Samson, Annabelle Phelipot-Mardelé, Christophe Lanos, Christophe Baux. Influence du tensio-actif sur les propriétés des gypses cellulaires. XXXème Rencontres de l'AUGC-IBPSA "Constructions Durables", Jun 2012, Chambéry, France. 10 p. hal-00726506

HAL Id: hal-00726506

<https://hal.science/hal-00726506>

Submitted on 30 Aug 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Influence du tensio-actif sur les propriétés des gypses cellulaires

Samson G.¹, Phelipot-Mardele A.¹, Lanos C.¹, Baux C.

¹ UEB - LGCGM, Equipe Matériaux Thermo-Rhéologie, INSA-IUT, Rennes
gabriel.samson@insa-rennes.fr

RÉSUMÉ. La relation entre la structure interne de différentes mousses minérales et leurs propriétés thermiques et hydriques est analysée. L'étude se focalise sur des mousses de gypse obtenues avec différents tensio-actifs. Il apparaît que le type de tensio-actif et son dosage affectent la structure de la mousse, tous les autres constituants restant identiques (eau, liants, fluidifiant). Les caractéristiques physiques des mousses sont comparées qualitativement (taille des pores, épaisseur des parois, connectivité des bulles...). Les performances mécaniques et thermiques des mousses ainsi obtenues sont identifiées et mises en relation avec les caractéristiques de la structure porale.

ABSTRACT. The physical properties (pore size and connectivity, wall thickness) of mineral foams, depending on their inner structure, are presented herein. This paper focuses on gypsum-based mineral foams. These foams are obtained thanks to carefully chosen surfactants. It appears that, all things being equal (i.e. water, binder and superplasticizer), the quantity and the nature of the surfactant strongly affect the foam framework. The mechanical and thermal properties of such foams are thus compared relatively to the pore structure.

MOTS-CLÉS: mousse minérale, tensio-actifs, gypse, structure porale, conductivité thermique, propriétés mécaniques

KEY WORDS: mineral foam, surfactant, gypsum, pore structure, thermal conductivity, mechanical properties

1. Introduction

Les matériaux de remplissage actuellement utilisés dans les applications bâtiments (pour les murs d'enveloppe ou les cloisons) se présentent généralement sous forme de panneaux ou blocs (béton mousse, brique alvéolaire, carreau et plaque de plâtre). Les performances thermiques et mécaniques de ces éléments constructifs sont satisfaisantes, mais ces solutions requièrent l'utilisation de constituants nobles, ou reposent sur des procédés de fabrication énergivores. Ainsi, au vue des préoccupations environnementales actuelles, il apparaît nécessaire de développer un matériau peu impactant, offrant un bon compromis entre performances thermiques et mécaniques, susceptible de se substituer aux solutions actuelles.

Dans cette optique, on peut noter le développement d'activités de recherches portant sur l'évaluation des performances des éco-matériaux formulés avec des granulats végétaux (le béton de chanvre [COL 12] [ARN 12], de lin [JUR 12], de bambou [HUM 08], de tournesol [MAG 10]), ou de matrices minérales alvéolaires valorisant différents sous-produits industriels (béton alvéolaire à base de gypse, éventuellement de synthèse, [BAU 11], ou de laitiers [BAU 11a]).

Sur la base des travaux antérieurs, la production d'une mousse de gypse ayant des propriétés similaires à celles d'un béton cellulaire, à savoir une résistance à la compression supérieure à 2 MPa, une conductivité thermique inférieure à 0.2 W/(m.K) et une masse volumique inférieure à 600 kg/m³, est analysée.

La formation en frais et la stabilité de la structure des mousses minérales, avant l'amorçage de la prise du liant hydraulique, sont rendues possibles grâce à l'ajout de divers tensio-actifs. Ainsi, une campagne expérimentale portant sur l'effet de la nature et du dosage de 6 entraîneurs d'air, sur les propriétés physico-thermo-mécaniques du produit fini, est menée. Les mousses obtenues présentent une large gamme de structures. Différents paramètres permettent de décrire cette structure, tels que le nombre et la distribution de la taille des bulles, la présence de connectivités, et dans le cas contraire, la distance les séparant. Le lien entre cette structure et les propriétés thermiques et mécaniques des mousses est finalement recherché.

2. Obtention d'une mousse

L'obtention d'une mousse repose sur la multiplication d'interfaces fluide/gaz. L'introduction dans le fluide d'une quantité infime de tensio-actif s'interposant à l'interface fluide/gaz va contribuer à stabiliser l'interface et à augmenter la surface de l'interface. Cependant, cette surface ne peut s'étendre indéfiniment à cause des forces électrostatiques s'exerçant entre les molécules du liquide. L'équilibre entre ces forces est à l'origine de la tension superficielle γ .

Les tensio-actifs sont généralement de longues molécules ayant une extrémité polaire hydrophile et une longue chaîne carbonée apolaire hydrophobe. Ainsi, les parties polaires s'orientent naturellement vers l'interface liquide/gaz, la partie polaire étant tournée vers l'eau.

La création de la bulle est alors régie par la formule de Laplace reliant la différence de pression entre la phase gazeuse dans la bulle et le liquide, la tension de surface γ et le rayon R de la bulle :

$$\Delta p = \frac{2\gamma}{R} \quad [1]$$

Dans notre cas, la présence du tensio-actif dans une suspension minérale très concentrée soumise à un malaxage rapide permet d'obtenir une matrice suffisamment fluide, à l'état frais, pour former des bulles sphériques.

La stabilité des mousses est conditionnée par l'effet du drainage. Lorsque deux bulles sont proches, l'épaisseur du film liquide les séparant tend à diminuer sous l'effet de la gravité. Les deux bulles vont alors être séparées par une membrane de plus en plus fine. Leurs tailles peuvent évoluer sous l'effet du mûrissement (migration de l'air compris dans la plus petite des bulles (pression forte) vers la plus grande bulle (pression faible)) ou de la coalescence (rupture de la membrane). Dans notre cas, une compétition s'établit entre le temps de prise de la matrice minérale et la cinétique de dégradation de la mousse. La stabilité des bulles va conditionner la texture finale de la mousse obtenue par la méthode dissociée [BAU 11].

Six molécules tensio-actives de structures différentes sont testées dans notre étude : le Cetrimage (Trimethyl tetradecyl ammonium bromide, FeF Chemicals), Hostapur OSB (90% de sodium α -olefin sulfonate (AOS), Clariant produkte), AER (Sika), Micro-air®104 (BASF), Sitren 619 (Fatty acid amino alkyl betaine, Evonik) et CTAB (Hexadecyl trimethyl ammonium bromide, FeF Chemicals).

3. Campagne Expérimentale

3.1. Compositions et caractéristiques de la pâte fraîche

La matrice minérale étudiée est composée principalement de Kerysten®. Ce produit est un sulfate de calcium anhydre commercialisé par l'entreprise K&Co®, il est créé grâce à une cuisson flash peu énergivore. Ce procédé peut être appliqué sans difficulté à un gypse de synthèse. Les autres composants sont : du ciment Lafarge Le Theil (CEM I 52,5 N), de l'eau, un superplastifiant SemperActis® SP20 (K&Co®), un retardateur Retardan P® (Tricosal®) et un des 6 tensio-actifs sélectionnés (dosage, p, exprimé en % massique du liant). Le liant est constitué de 10% de ciment et de 90% de Kerysten. L'ensemble des mousses est réalisé avec un rapport massique eau sur liant : E/L = 0.35.

Les densités de pâte fraîche sont comprises entre 1260 et 1796 kg/m³. La fluidité de la pâte est contrôlée à l'aide d'essais d'étalements à l'anneau FLS (H = 50 mm ; Ø = 60 mm) qui fournissent des valeurs d'étalement allant de 140 à 310 mm, valeurs relativement importantes au regard du faible taux de gâchage utilisé. Les suspensions concentrées ainsi obtenues sont caractérisées par une fraction volumique solide de l'ordre de 0,5 et par un temps de prise court (10 min), particulièrement adapté aux procédés de production requérant un démoulage rapide (20 min).

3.2. Echantillons et mesures de caractérisation

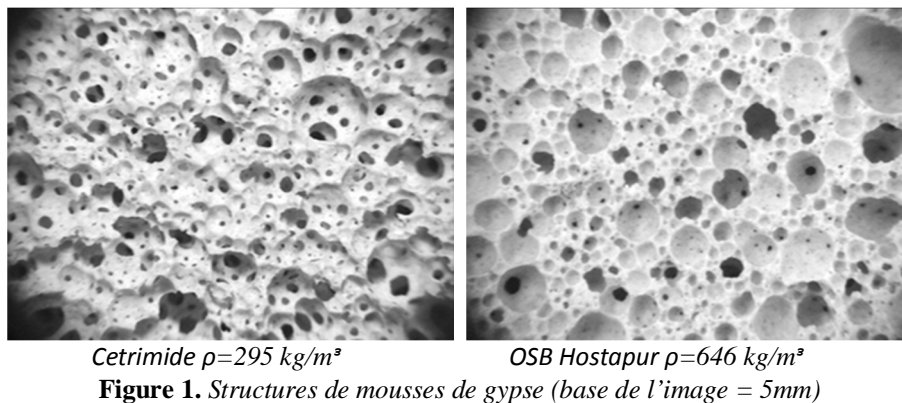
48 échantillons cylindriques de gypse cellulaire (diamètre 80 mm, hauteur 200 mm) sont obtenus par moulage de la pâte moussée. La partie médiane de nos échantillons (la plus homogène) est débitée avec un élanement de 1, puis conservée et étudiée. D'après des analyses visuelles (caméra CCD – les images présentées correspondent à une zone de 5 x 3,5 mm², représentative de l'état moyen de la structure sur la surface de coupe de chaque échantillon), la structure porale présente soit une grande connectivité, soit une structure plus fermée, selon le tensioactif étudié. Les résultats sont interprétés soit à dosage de tensio-actif constant, soit à masse volumique constante. Les propriétés thermiques et mécaniques des échantillons sont alors étudiées à partir de la mesure :

- de la masse volumique,
- de la conductivité thermique (méthode du fil chaud – 50 mm, CT mètre, CSTB®) : moyenne de 2 mesures par plan de sciage, soit 4 valeurs par échantillon,
- de la résistance estimée lors d'un essai de compression (pilotage en déplacement réalisé sur une presse Instron® de capacité 400 kN) : 1 mesure par échantillon.

4. Résultats

4.1 Texture et Masse volumique

La gamme de structure obtenue est très variée (cf. Figure 1), engendrant des masses volumiques comprises entre 300 et 700 kg/m³.



4.1.1 Essais à dosage constant

La méthode de production de mousse utilisée (méthode dissociée) permet de travailler avec un dosage constant en entraîneur d'air, en faisant varier la densité. La structure de trois mousses représentatives obtenues avec du Micro air ($p = 0.2 \%$) et de trois mousses issues du CTAB ($p = 0.02 \%$) sont présentées Figure 2.

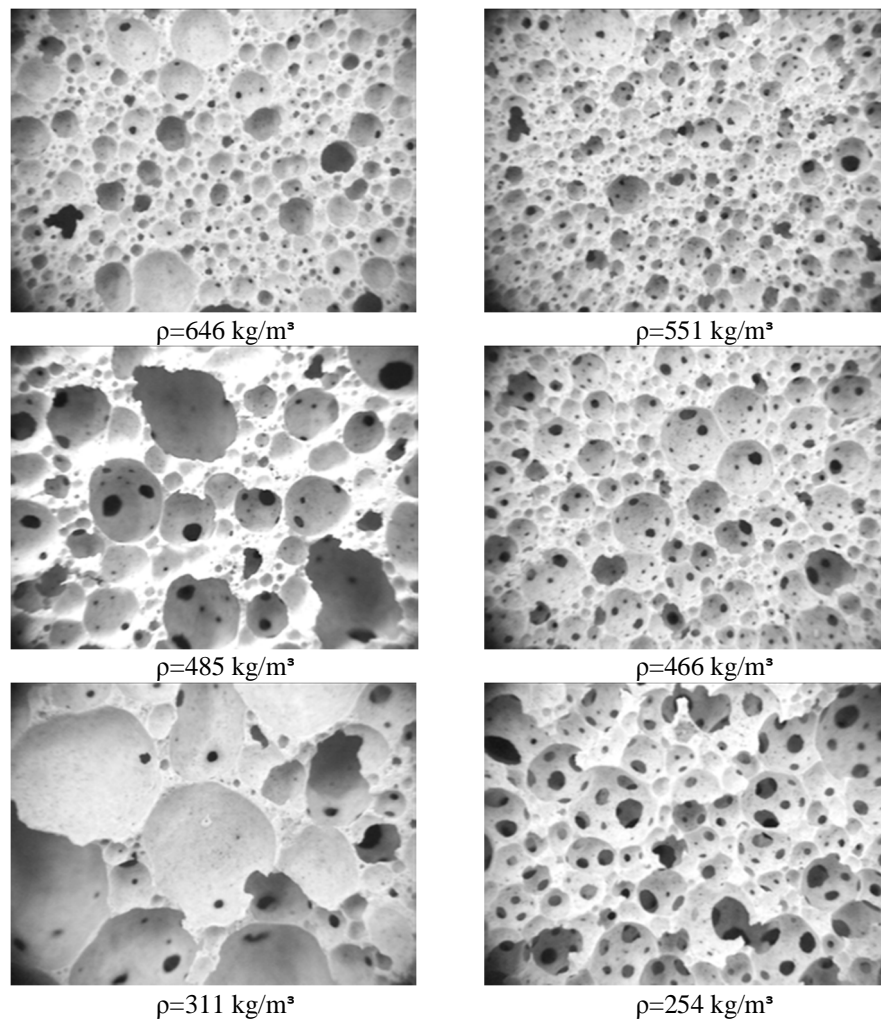


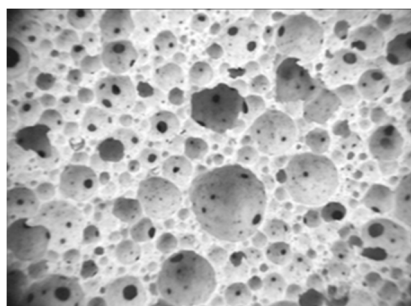
Figure 2. Mousses de gypse : Micro-air (à gauche) et CTAB (à droite)
(base de l'image = 5mm)

Dans le cas des tensio-actifs présentés, la structure porale des mousses semble monodisperse pour les plus grandes masses volumiques. Les bulles sont de petites tailles et possèdent peu de connectivités. La diminution de la masse volumique favorise :

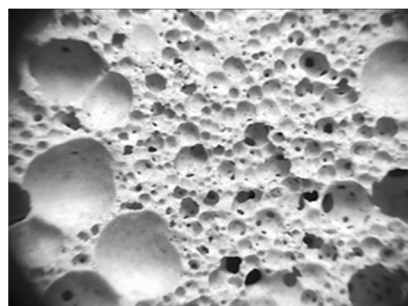
- l'apparition de bulles de tailles plus importantes, et ce, d'autant plus en présence de Micro-air. Le phénomène de coalescence entre en compétition avec la prise et la structure de la mousse tend vers une structure polydisperse.
- un plus grand nombre de connectivités, ce phénomène étant plus marqué avec le CTAB. La structure obtenue semble être monodisperse, la prise entre, cette fois-ci, en compétition avec le mûrissement.

4.1.2 Essais à masse volumique constante

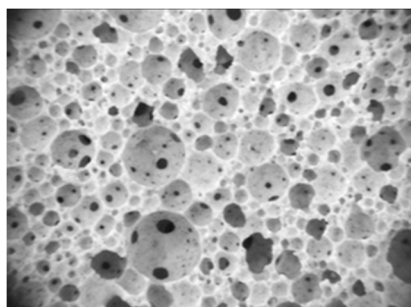
L'influence de la quantité d'entraîneur d'air sur la structure des mousses est évaluée en travaillant à masse volumique constante. La structure des mousses issues du CTAB et de l'OSB Hostapur sont présentées Figure 3. Les échantillons ont des masses volumiques allant de 556 à 591 kg/m³ pour un dosage de CTAB allant de 0.0015 à 0.1%. Les structures présentées pour l'OSB Hostapur correspondent à des masses volumiques de mousses comprises entre 505 à 548 kg/m³, obtenues pour des dosages allant de 0.003 à 0.1% d'entraîneur d'air.



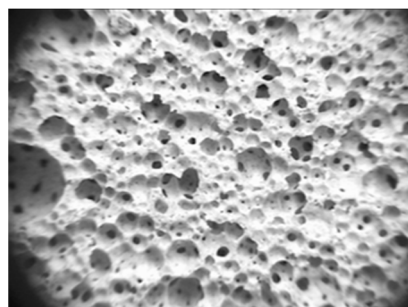
$p=0.0015\%$; $\rho=562 \text{ kg/m}^3$



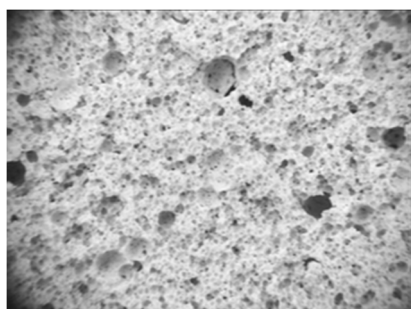
$p=0.003\%$; $\rho=535 \text{ kg/m}^3$



$p=0.006\%$; $\rho=556 \text{ kg/m}^3$



$p=0.006\%$; $\rho=536 \text{ kg/m}^3$



$p=0.1\%$; $\rho=584 \text{ kg/m}^3$



$p=0.1\%$; $\rho=549 \text{ kg/m}^3$

Figure 3. Mousses de gypse : CTAB (à gauche), OSB Hostapur (à droite)
(base de l'image = 5mm)

A faible dosage en entraîneur d'air, les mousses composées avec le CTAB sont constituées de nombreuses bulles peu communicantes. L'OSB Hostapur semble favoriser la coalescence, la formation de nombreuses grosses bulles rendant la mousse polydisperse. Cette coalescence est d'ailleurs déjà visible sur la pâte fraîche, avant l'emploi de la méthode dissociée.

L'augmentation du dosage en tensio-actif voit disparaître le phénomène de coalescence dont souffraient les mousses à base d'OSB Hostapur, la structure est d'avantage monodisperse. En revanche, la différence structurelle est moins palpable en présence de CTAB, la mousse paraissant monodisperse quel que soit le dosage. Enfin, à fort dosage en tensio-actifs, la mousse est formée d'un grand nombre de petites bulles reliées entre elles et de quelques grosses bulles rendant l'ensemble inhomogène et fragile. Cet exemple démontre la nécessité d'un outil de traitement d'image afin de quantifier de façon précise la distribution de taille de bulles.

4.2 Résultats thermiques et mécaniques

L'ensemble des performances thermiques des mousses obtenues sont rassemblées dans la Figure 4.

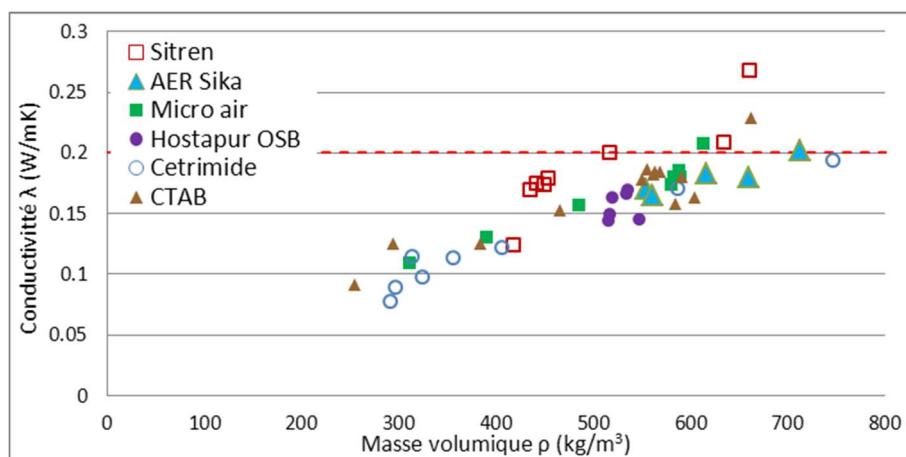


Figure 4. Evolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique

L'ensemble des mousses étudiées présente un comportement thermique relativement similaire aux matériaux présentés dans la littérature [LAN 10]. La conductivité semble principalement dépendre de la masse volumique, et non pas de la structure. Les échantillons présentant des masses volumiques inférieures à 600 kg/m³ ont des valeurs de conductivité thermique inférieures à 0,2 W/(m.K), ce qui leur confère un pouvoir isolant intéressant.

Les deux familles de mousses réalisées à dosage en tensio-actif constant et masses volumiques variables présentées dans la partie 4.1.1 fournissent les performances mécaniques présentées dans la Figure 5.

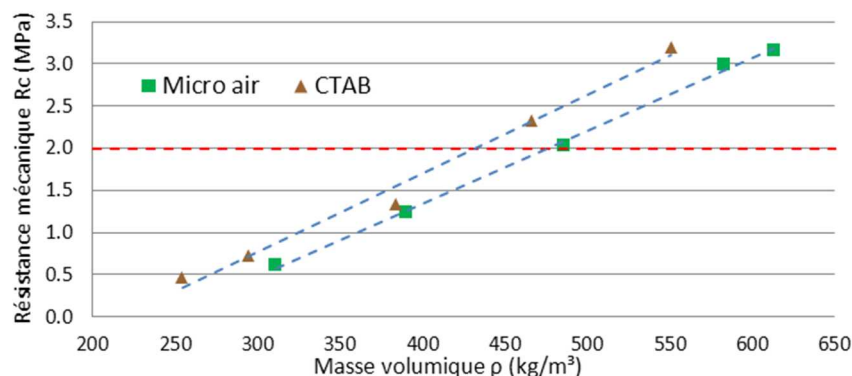


Figure 5. Evolution de la résistance mécanique en fonction de la masse volumique

En présence du CTAB et du Micro air, la résistance mécanique des mousses évolue linéairement avec la masse volumique (évolution traditionnelle pour de nombreux matériaux à matrice minérale) [BAU 11, BAU 11a]. Les échantillons présentant des masses volumiques supérieures à 400 kg/m^3 ont des résistances mécaniques à la compression supérieures à 2 MPa, ce qui leur confère un pouvoir structural intéressant. Il pourrait être intéressant de rechercher le dosage de chacun des tensio-actifs présentant des mousses aux performances mécaniques optimales. D'après la Figure 5, les mousses fabriquées à base de CTAB présentent une résistance à la compression légèrement plus importante que celles produites avec du Micro air. Les deux graphiques de la Figure 6 présentent les performances mécaniques et thermiques de 12 mousses, la moitié fabriquée à base de CTAB, l'autre d'OSB Hostapur (mousses de même masse volumique).

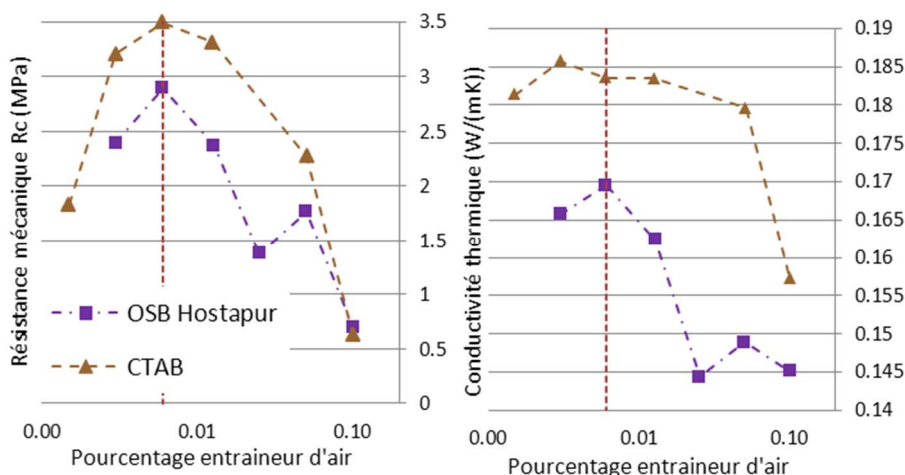


Figure 6. CTAB / OSB Hostapur : Evolution de la résistance mécanique et de la conductivité thermique en fonction du pourcentage d'entraineur d'air

Les deux tensio-actifs semblent agir mécaniquement et thermiquement de la même façon sur les mousses. Lorsque le dosage augmente, les caractéristiques augmentent, passant par un optimum à $p = 0,006\%$, puis rediminuent. Le fait que le dosage optimal en tensio-actif soit le même pour les deux molécules tensio-actives est probablement un hasard, les molécules étant différentes. A ce dosage, les deux mousses présentent une structure formée de bulles polydispersées et peu communicantes (Figure 3).

Le fluidifiant utilisé (SP20) est une chaîne longue et complexe, caractérisée par un léger effet d'entraîneur d'air. Lors du mélange avec le tensio-actif, une concurrence entre l'effet entraîneur d'air de ces deux adjuvants apparaît. A faible dosage, le manque de molécules tensio-actives favorise la coalescence et induit une structure polydisperse. Au dosage optimum, on note que la porosité de pâte fraîche passe par un minimum (densité de pâte fraîche maximale). L'effet débuleur de l'entraîneur d'air sur le fluidifiant est alors optimum. Ainsi, il est probable qu'à ce dosage, les bulles enfermées au sein de la pâte soient monodisperses et de petites tailles. Lors de la formation de la mousse, le phénomène de coalescence est certainement plus limité (particulièrement avec l'OSB Hostapur).

En revanche, passé ce dosage critique, la quantité d'entraîneur d'air devient très importante. La surface d'interface croît, augmentant le nombre de bulles et réduisant leur taille. Un excès de tensio-actif peut pénaliser les caractéristiques de la matrice, en altérant la cristallisation du gypse ou en bloquant le collage naturel des aiguilles de gypse ; une mesure de diffraction aux rayons X permettrait de s'en assurer. Les résultats présentés sur la Figure 4 ne permettent pas d'identifier une relation entre les propriétés thermiques et la structure. Cependant lorsqu'on regarde l'évolution de la conductivité en fonction du dosage en entraîneurs d'air pour le CTAB et l'OSB Hostapur (Figure 6) on constate que la conductivité évolue légèrement ($\Delta\lambda_{max} < 0.03 \text{ W/(m.K)}$) et passe par un maximum pour le dosage critique. Ainsi, la structure des mousses a une influence sur leurs performances thermiques.

5. Conclusions

L'emploi de divers tensioactifs pour former des mousses minérales (gypse) permet d'obtenir une large gamme de structures aux propriétés diverses. Cette structure va principalement conditionner leur comportement thermo-mécanique. La plupart des mousses créées respecte le critère thermique retenu, à savoir une conductivité inférieure à 0.2 W/(m.K) . En revanche, seule une dizaine de mousses présentent une résistance à la compression supérieure à 2 MPa . Les deux critères sont satisfaits sur une gamme de masse volumique s'étendant de 400 à 600 kg/m^3 .

Pour une masse volumique de mousse donnée, la variation du dosage en tensio-actif permet de modifier considérablement la structure et les propriétés mécaniques, l'effet sur les propriétés thermiques est moindre. A masse volumique constante, un dosage critique en tensio-actif a été identifié correspondant à un optimum en

résistance et un pessimum en conductivité thermique. En toute rigueur, un dosage critique reste à identifier pour chaque tensio-actif et pour chaque masse volumique.

Pour l'utilisateur, identifier le dosage en tensio-actif à utiliser relève d'un compromis entre les performances thermiques et mécaniques souhaitées. Ce travail exploratoire a mis en évidence la complexité des structures créées. La difficulté d'analyser ces structures de façon quantitative (distribution de taille de bulles) réclame la mise en place d'outils de visualisation et d'analyse d'images. Il en découlera une connaissance plus approfondie de l'action des diverses molécules tensio-actives et des interactions entre adjuvants.

6. Remerciements

Dans le cadre de ces travaux, de sincères remerciements sont adressés au personnel technique de l'IUT de Rennes, Jégo H., Bianeis G., Trinquant M., ainsi qu'à Gutierrez Ramirez E., étudiant Erasmus.

7. Bibliographie

[ARN 12] ARNAUD L., GOURLAY E., « Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes », *Construction and Building Materials*, vol. 28, Issue 1, 2012, p. 50-56

[BAU 11] BAUX C., LANOS C., PHELIPOT-MARDELE A. « Mineral Foams with improved performances », *Annales du BTP*, n°1, 2011, p. 53-57

[BAU 11a] BAUX C., LANOS C., PHELIPOT-MARDELE A., GUTIERREZ RAMIREZ E. « Béton cellulaire à base d'éco-liants », 29^{ème} Rencontres AUGC, Tlemcen, Algérie, 29-31 mai 2011

[LAN 10] LANOS C., GLOUANNEC P., MOUNANGA P., COLLET F., PIERRE T., POULLAIN P., PRETOT S., « Construire et réhabiliter : vers quelles solutions d'isolation ? », *Matériaux 2010*, Nantes, France, 18-22 octobre 2010

[COL 12] COLLET F., PRETOT S., « Variation de la capacité hydrique tampon de bétons de chanvre en fonction de leur formulation », *Congrès ECOBAT Sciences et techniques*, Paris, 7-8 mars 2012

[HUM 08] HUMBERTO C. LIMA, FABIO L. WILLRICH, NORMANDO P. BARBOSA, MAXER A. ROSA, BRUNA S. CUNHA, « Durability analysis of bamboo as concrete reinforcement », *Materials and Structures*, 2008, p. 981-989

[JUR 12] JURKIEWIEZ B., SI LARBI A., HAMELIN P., « Mortier de fibres de lin : Applications possibles et caractérisation », 29^{ème} Rencontres AUGC, Tlemcen, Algérie, 29-31 mai 2012

[MAG 10] MAGNIONT C., Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources, Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2010.